

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) RU (11) **2 631 076** (13) C2

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(51) МПК

[C01B 21/072 \(2006.01\)](#)[B82Y 40/00 \(2011.01\)](#)

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: может прекратить свое действие (последнее изменение статуса: 27.02.2018)  
Пошлина: учтена за 3 год с 30.09.2016 по 29.09.2017

(21)(22) Заявка: [2014139238](#), 29.09.2014(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
29.09.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.09.2014

(43) Дата публикации заявки: 20.04.2016 Бюл. №  
[11](#)(45) Опубликовано: [18.09.2017](#) Бюл. № [26](#)(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 117153 U1, 20.06.2012. JP  
2005145789 A1, 09.06.2005. US 5154907 A1,  
13.10.1992. RU 2394669 C1, 20.07.2010.

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19,  
УрФУ, Центр интеллектуальной  
собственности, Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Бекетов Аскольд Рафаилович (RU),  
Баранов Михаил Владимирович (RU),  
Елагин Андрей Александрович (RU),  
Шишкин Роман Александрович (RU),  
Кудякова Валерия Сергеевна (RU),  
Афонин Юрий Дмитриевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Уральский федеральный  
университет имени первого Президента  
России Б.Н. Ельцина" (RU)

## (54) РЕАКЦИОННАЯ КАМЕРА УСТАНОВКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСПЕРСНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к составным частям устройств для получения полупроводниковых материалов, а именно дисперсного нитрида алюминия. Реакционная камера выполнена из жаропрочной стали, футерована нитридом алюминия, снабжена герметично соединенными с корпусом камеры средством для отвода газов и гибким трубопроводом, который выполнен с возможностью герметичного соединения со средством подачи азотсодержащих газов, и снабжена устройством нагрева, выполненным с возможностью создания градиента температуры вдоль реакционной камеры. При этом камера расположена вертикально и выполнена разъемной с образованием нижней, средней и верхней секций. Нижняя и средняя секции разделены перфорированной перегородкой, а средняя и верхняя секции разделены фильтром. Технический результат заключается в повышении выхода нитрида алюминия, снижении интенсивности процесса агломерации и уменьшении времени и энергозатрат на процесс образования нитрида алюминия. 3 з.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл., 1 пр.

Изобретение относится к составным частям устройств для получения полупроводниковых материалов, а именно порошкового нитрида алюминия и может быть использовано для получения дисперсного нитрида алюминия газозфазным способом с целью его использования в производстве металлокерамических, керамических, композиционных и др. материалов.

Известна реакционная камера установки для получения порошкообразного нитрида алюминия, выполненная из графита цилиндрической формы и снабженная устройством для нагрева и дырчатым дном, выполненным с возможностью соединения со средством для подачи газообразного азота [US 5154907, МПК В01J 8/18, С01В 21/072, 13.10.1992].

Известна реакционная труба - установка для пиролиза жидкого рабочего состава, установка может быть использована для получения порошка нитрида алюминия, реакционная труба снабжена средством нагрева ее стенок, выполнена так, что внутренняя поверхность имеет сужающуюся книзу часть и образует выходное отверстие для продукта пиролиза и снабжена средством формирования закрученного потока, выполненным в виде ориентированных форсунок системы распыления или в виде ориентированных патрубков, аспирационным выходом и выходным отверстием для продукта пиролиза, расположенными на противоположных концах реакционной трубы [RU 2394669, МПК В22F 9/30, В22F 9/16, 20.07.2010].

В качестве прототипа выбрана реакционная камера установки для получения порошкообразного нитрида алюминия высокой чистоты газозфазным способом, выполненная цилиндрической формы, из жаропрочной стали и покрытая футеровочным материалом, расположенная на стальной пространственной раме, снабженная герметично соединенными с корпусом реакционной камеры средством для отвода газов и гибким трубопроводом, выполненным с возможностью герметичного соединения со средством подачи азотсодержащих газов, причем цилиндрическая реакционная камера выполнена с возможностью вращения вокруг горизонтальной оси, футерована нитридом алюминия, расположена горизонтально на стальной пространственной раме, оснащена устройством для изменения угла наклона горизонтальной цилиндрической реакционной камеры, устройством нагрева в виде графитового нагревателя, создающего необходимый градиент температур вдоль горизонтальной цилиндрической реакционной камеры [RU117153, МПК С30В 29/38, С01В 21/072, В82В 3/00, В82У 40/00].

Недостатком известного устройства по прототипу является осуществление вращения реакционной камеры для увеличения выхода нитрида алюминия. Вращение реакционной камеры в данном устройстве способствует обновлению реакционной поверхности расплавленного алюминия в процессе получения нитрида алюминия. Однако вращение также способствует агломерации образовавшихся частиц нитрида алюминия. Вторым существенным недостатком устройства по прототипу является осуществление всех основных химических реакций в одной реакционной зоне, что приводит к образованию смеси продуктов взаимодействия, которую затем необходимо разделять с помощью высокотемпературной возгонки трифторида алюминия в вакууме. Во-первых, дополнительная стадия отделения приводит к увеличению времени и энергозатрат на осуществление процесса, а, во-вторых, высокотемпературная возгонка также способствует агломерации частиц нитрида алюминия.

Техническая задача - создание реакционной камеры установки для получения дисперсного нитрида алюминия, позволяющей повысить выход нитрида алюминия при одновременном уменьшении крупности частиц получаемого нитрида алюминия, уменьшении времени и энергозатрат на процесс образования дисперсного нитрида алюминия.

Технический результат - повышение выхода нитрида алюминия, кроме того в результате использования предлагаемая полезная модель позволяет снизить интенсивность процесса агломерации, что приводит к уменьшению крупности частиц получаемого нитрида алюминия, и обеспечить параллельное осуществление образования и выделения нитрида алюминия из смеси продуктов взаимодействия без необходимости в дополнительной стадии отделения примесей, что способствует уменьшению времени и энергозатрат на процесс образования нитрида алюминия.

Сущность заявляемого устройства заключается в следующем.

Реакционная камера установки для получения дисперсного нитрида алюминия выполнена из жаропрочной стали, футерована нитридом алюминия, снабжена герметично соединенными с корпусом реакционной камеры средством для отвода газов и гибким трубопроводом, выполненным с возможностью герметичного соединения со средством подачи азотсодержащих газов, и снабжена устройством нагрева, выполненным с возможностью создания градиента температуры вдоль

реакционной камеры. В отличие от прототипа, расположена вертикально, выполнена разъемной с образованием нижней, средней и верхней секций, при этом нижняя секция и средняя секция разделены перфорированной перегородкой, а средняя и верхняя секции разделены фильтром.

Разделение нижней секции и средней секции реакционной камеры перфорированной перегородкой и размещение реакционной камеры вертикально позволяет осуществить барботирование алюминия расплава газообразным галогенидом алюминия, за счет чего происходит увеличение площади поверхности взаимодействия расплавленного алюминия с газообразным галогенидом алюминия, а также постоянное обновление реакционной поверхности жидкого алюминия. Вышеперечисленное способствует повышению эффективности процесса образования моногалогенида алюминия, который в дальнейшем взаимодействует с газообразным азотом, что повышает выход конечного продукта - дисперсного нитрида алюминия в целом при одновременном уменьшении вероятности агломерации частиц нитрида алюминия, что обусловлено отсутствием механического перемешивания и одностадийностью процесса. Размещение реакционной камеры вертикально позволяет также разделить температурные зоны образования нитрида алюминия и осаждения галогенида алюминия, образующегося также в результате взаимодействия моногалогенида алюминия с азотом. Это позволяет избежать необходимости в дальнейшем разделении смеси нитрида алюминия и галогенида алюминия. Данная возможность может быть реализована посредством распределения градиента температур вдоль реакционной зоны таким образом, что средняя секция находится в высокотемпературной зоне ( $T=1150-1250$  C), а верхняя секция находится в зоне пониженной температуры ( $T=600-800$  C). Таким образом, образующийся нитрид алюминия остается в средней секции на поверхности перфорированной перегородки и на стенках реакционной камеры, а образующийся галогенид алюминия в газообразном состоянии попадает в верхнюю секцию и конденсируется в области пониженных температур. Возможен частичный унос образующегося нитрида алюминия в низкотемпературную зону, поэтому между средней и верхней секциями реакционной камеры устанавливается фильтр, кроме того, средство для отвода газов также снабжено средством фильтрации выходящих газов.

Нижняя секция предназначена для размещения галогенида алюминия, а средняя секция предназначена для размещения алюминия, проведения всех реакций и получения конечного продукта - нитрида алюминия. Верхняя секция предназначена для конденсации галогенида алюминия.

Устройство нагрева может быть выполнено в виде печи Таммана, графитового нагревателя или другого устройства нагрева, позволяющего создавать градиент температуры вдоль реакционной камеры.

Фильтр может быть выполнен в виде волокнистого углеволоконного фильтра.

Заявляемое устройство поясняется чертежами, где изображено следующее:

Фиг. 1 - общий вид установки для получения дисперсного нитрида алюминия.

Фиг. 2 - общий вид реакционной камеры установки для получения дисперсного нитрида алюминия.

Установка для получения дисперсного нитрида алюминия содержит реакционную камеру 1 цилиндрической формы, средство подачи азотсодержащих газов 2 и средство для отвода газов 3, средство охлаждения выходящих газов 4, средство фильтрации выходящих газов 5 и терморегуляторы 6. Средство подачи азотсодержащих газов 2 и средство для отвода газов 3 герметично соединены с реакционной камерой 1. Средство охлаждения выходящих газов 4, средство фильтрации выходящих газов 5 последовательно соединены со средством для отвода газов 3.

Реакционная камера 1 выполнена из жаропрочной стали и снабжена устройством нагрева 7. Внутренняя поверхность реакционной камеры 1 футерована нитридом алюминия. Реакционная камера 1 расположена вертикально и выполнена разъемной с образованием нижней секции А, средней секции Б и верхней секции В. Нижняя секция А и средняя секция Б разделены съемной перфорированной перегородкой 8, являющейся дном сосуда 9, размещенного в средней секции Б. Средняя секция Б и верхняя секция В разделены фильтром 10 в виде волокнистого углеволоконного фильтра. Устройство нагрева 7 выполнено с возможностью создания градиента температуры вдоль реакционной камеры. Устройство нагрева 7 является печью Таммана.

Нижняя секция А соединена со средней секцией Б, а средняя секция Б с верхней секцией В с помощью резьбового соединения (не показано на чертежах).

Средство подачи азотсодержащих газов 2 через последовательно расположенные ротаметр 11 и устройство для подогрева входящих газов 12 герметично соединено с

реакционной камерой 1 посредством гибкого трубопровода 13.

Для регулирования работы устройства нагрева 7 и устройства для подогрева входящих газов 12 каждый подключен к соответствующему терморегулятору 6.

Средство охлаждения выходных газов 4, средство фильтрации выходных газов 5 размещены на опоре 14. Реакционная камера 1 крепится к опоре 15, на которой размещены терморегуляторы 6.

Принцип работы заявляемого устройства заключается в следующем.

В реакционную камеру 1 в разобранном виде загружают исходные продукты - алюминий и галогенид алюминия. Причем галогенид алюминия помещают в нижнюю секцию А, устанавливают сосуд 9, дно которого - перфорированная перегородка 8, в сосуде 9 размещают алюминий. Далее производят сбор реакционной камеры 1, соединяя верхнюю секцию В, среднюю секцию Б и нижнюю секцию А.

Далее с помощью средства подачи азотосодержащих газов 2 через последовательно расположенные ротаметр 11, устройство для очистки газов от примесей 12 и устройство для подогрева газов 12 азотосодержащий газ поступает в реакционную камеру 1, тем самым удаляя газы, находящиеся в реакционной камере 1, в том числе кислород, из реакционной камеры 1 через средство для отвода газов 3. При этом ротаметр 11 осуществляет стабильную подачу требуемого количества азотосодержащего газа в единицу времени, а устройство для подогрева газов 12 осуществляет нагрев азотосодержащего газа до необходимой температуры.

Далее устройство нагрева 7 осуществляет нагрев реакционной камеры 1, создавая градиент температуры вдоль реакционной камеры 1. Устройство нагрева 7 создает в нижней секции А и средней секции Б температуру в диапазоне 1150-1250°C, а в верхней секции В температуру от 600 до 800°C. Галогенид алюминия, переходя в газообразное состояние, через перфорированную перегородку 8 поступает в среднюю секцию Б и осуществляет барботирование алюминиевого расплава, взаимодействуя с алюминием. В результате взаимодействия образуется газообразный моногалогенид алюминия. Одновременно поступающий в среднюю секцию Б азот взаимодействует с моногалогенидом алюминия, образуя нитрид алюминия и газообразный галогенид алюминия. Нитрид алюминия оседает, а газообразный галогенид алюминия, проходя через фильтр 10, конденсируется в верхней секции В.

Фильтр 10 осуществляет сбор частично унесенного нитрида алюминия, перемещающегося совместно с газом в верхнюю секцию В. Терморегуляторы 6 регулируют температуру нагрева реакционной камеры 1 и температуру нагрева поступающих в реакционную камеру 1 газов.

Выходящие из реакционной камеры 1 газы через устройство охлаждения выходных газов 4 из реакционной камеры 1 поступают в устройство для очистки выходных газов 5.

Далее реакционная камера 1 разбирается, фильтр 10 очищается, загружаются исходные продукты и процесс повторяется.

С целью апробации заявляемого изобретения были созданы опытные образцы установки для получения дисперсного нитрида алюминия с реакционной камерой в виде устройства по прототипу и установки для получения дисперсного нитрида алюминия с реакционной камерой в виде заявляемого устройства. При этом в качестве исходного сырья были использованы в стехиометрическом соотношении алюминий 15,00 г, трифторид алюминия 46,69 г (двукратный избыток) и 12,46 л газообразного азота (двукратный избыток). Реакционная камера была разогрета до температуры 1200°C в нижней секции А и средней секции Б и 800°C - в верхней секции В.

После завершения процесса была проведена оценка следующих показателей: количество образовавшегося нитрида алюминия и крупность частиц образовавшегося нитрида алюминия. Результаты представлены в Таблице 1.

Таблица 1 – сравнение количества и крупности частиц образовавшегося нитрида алюминия в установках для получения дисперсного нитрида алюминия, в которых используются реакционные камеры в виде устройства по прототипу и в виде заявляемого устройства

Показатель	Количество образовавшегося нитрида алюминия, г	Средний размер частиц образовавшегося нитрида алюминия, нм
Установка для получения дисперсного нитрида алюминия с реакционной камерой в виде устройства по прототипу	11,81	1060
Установка для получения дисперсного нитрида алюминия с реакционной камерой в виде заявляемого устройства	16,24	270

Таким образом, заявляемое изобретение позволяет достичь следующего технического результата - повышение выхода нитрида алюминия, кроме того, в результате использования предлагаемое изобретение позволяет снизить интенсивность процесса агломерации, что приводит к уменьшению крупности частиц получаемого нитрида алюминия, и обеспечить параллельное осуществление образования и выделения нитрида алюминия из смеси продуктов взаимодействия без необходимости в дополнительной стадии отделения примесей, что способствует уменьшению времени и энергозатрат на процесс образования нитрида алюминия.

#### Формула изобретения

1. Реакционная камера установки для получения дисперсного нитрида алюминия, выполненная из жаропрочной стали, футерованная нитридом алюминия, снабженная герметично соединенными с корпусом реакционной камеры средством для отвода газов и гибким трубопроводом, выполненным с возможностью герметичного соединения со средством подачи азотсодержащих газов, и снабженная устройством нагрева, выполненным с возможностью создания градиента температуры вдоль реакционной камеры, отличающаяся тем, что камера расположена вертикально, выполнена разъемной с образованием нижней, средней и верхней секций, при этом нижняя и средняя секции разделены перфорированной перегородкой, а средняя и верхняя секции разделены фильтром.

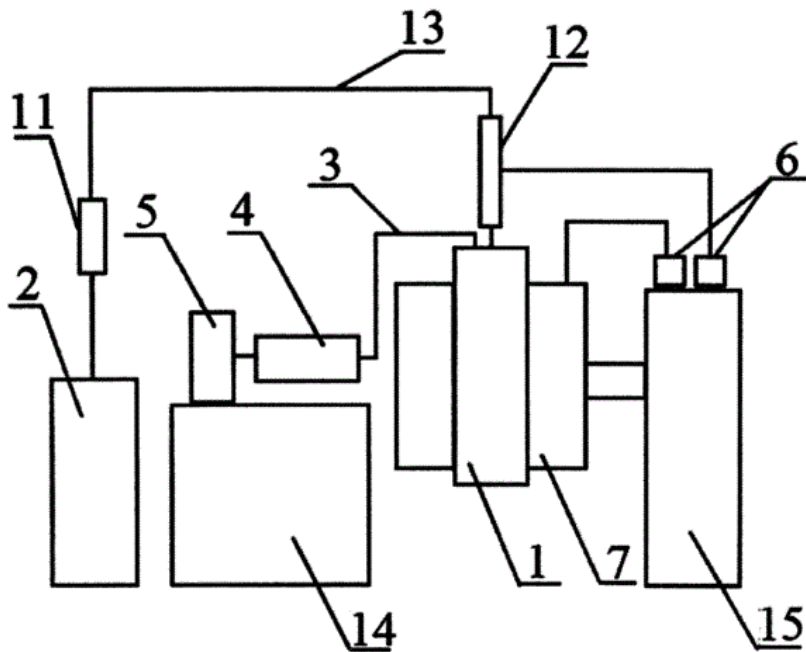
2. Реакционная камера по п. 1, отличающаяся тем, что устройство нагрева выполнено в виде печи Таммана.

3. Реакционная камера по п. 1, отличающаяся тем, что устройство нагрева выполнено в виде графитового нагревателя.

4. Реакционная камера по п. 1, отличающаяся тем, что фильтр выполнен в виде волокнистого углеволоконного фильтра.



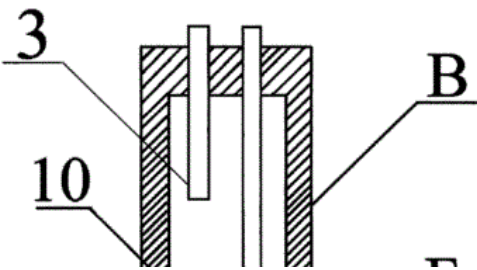
РЕАКЦИОННАЯ КАМЕРА УСТАНОВКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСПЕРСНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

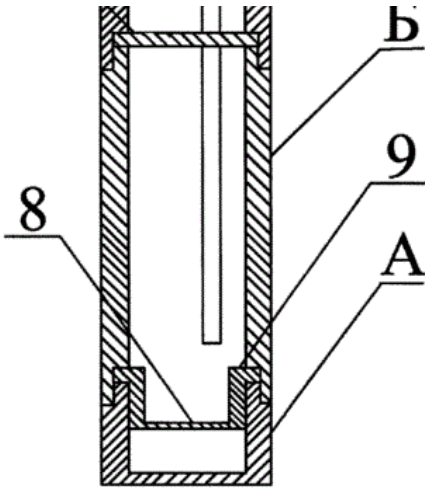


Фиг. 1

1

РЕАКЦИОННАЯ КАМЕРА УСТАНОВКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСПЕРСНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ





Фиг. 2